SNI

SNI 06-6992.6-2004

Standar Nasional Indonesia

# Sedimen – Bagian 6: Cara uji nikel (Ni) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

ICS 13.080.99

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

# Daftar isi

Daftar isi ..... i
Prakata ..... ii
1 Ruang lingkup ..... 1
2 Acuan normatif ..... 1
3 Istilah dan definisi ..... 1
4 Cara uji ..... 2
4.1 Prinsip ..... 2
4.2 Bahan ..... 2
4.3 Peralatan ..... 2
4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji ..... 3
4.5 Persiapan Pengujian ..... 3
4.6 Prosedur ..... 3
4.7 Pengukuran kadar nikel, Ni ..... 4
4.8 Perhitungan ..... 5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu ..... 6
5.1 Jaminan mutu ..... 6
5.2 Pengendalian mutu ..... 6
6 Rekomendasi ..... 6
Lampiran A Presisi dan akurasi ..... 7
Lampiran B Pelaporan ..... 8
Bibliografi ..... 9

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

# Prakata

Dalam usaha untuk menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan tanah maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan tanah.

SNI tentang *Sedimen – Bagian 6: Cara uji nikel (Ni) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)* ini disusun dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode. Selanjutnya hasil dari validasi metode ini dikaji bersama dengan para *stakeholders* yang berperan sebagai Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Air dan Gugus Kerja Kualitas Tanah pada Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan*.

Standar ini telah dikonsensuskan pada tanggal 17 Oktober 2003 di Jakarta. Rapat konsensus dihadiri oleh wakil dari perguruan tinggi, konsumen, produsen dan instansi terkait baik pusat maupun daerah.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

# Sedimen – Bagian 6: Cara uji nikel (Ni) secara destruksi asam dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

## 1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan nikel, Ni dalam sedimen secara destruksi asam dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada kadar terendah 0,31µg/g.

## 2 Acuan normatif

*United State Environmental Protection Agency* (USEPA), (SOP#: 2016), 1994.

## 3 Istilah dan definisi

**3.1**
**larutan induk**
larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

**3.2**
**larutan induk nikel, Ni**
larutan induk yang mempunyai kadar nikel, Ni 1000 µg/ml

**3.3**
**larutan baku**
larutan induk yang diencerkan dengan asam nitrat, $HNO_3$ 1,0 N dan mempunyai kadar nikel, Ni 100 µg/ml dan 10 µg/ml

**3.4**
**larutan kerja**
larutan baku yang diencerkan dengan asam nitrat, $HNO_3$ 1,0 N yang digunakan untuk membuat kurva kalibrasi sehingga mempunyai kadar nikel, Ni 0,0 µg/ml; 0,2 µg/ml; 0,4 µg/ml; 0,6 µg/ml; 0,8 µg/ml; dan 1,0 µg/ml

**3.5**
**larutan blanko**
air suling yang bebas bahan analit atau mengandung nikel dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi

**3.6**
**kurva kalibrasi**
grafik yang menyatakan hubungan antara kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

**3.7**
***spike matrix***
contoh uji yang diperkaya dengan larutan baku dengan kadar tertentu

**3.8**
***Certified Reference Material* (CRM)**
bahan standar bersertifikat yang tertelusur ke sistem nasional atau internasional

© BSN 2004

## 4 Cara uji

### 4.1 Prinsip

Senyawa nikel dalam contoh uji sedimen didestruksi dalam suasana asam sampai terlarut semua, kemudian diukur kadarnya dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara langsung.

### 4.2 Bahan

a) larutan induk nikel, Ni 1000 µg/ml;
b) asam nitrat p.a, $HNO_3$ pekat (65%);
c) asam nitrat, $HNO_3$ 1,0 N;

   Ambil 142,5 ml asam nitrat, $HNO_3$ pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang telah berisi 250 ml air suling, lalu tepatkan menjadi 1000 ml. Kocok sampai homogen.

d) asam nitrat, $HNO_3$ 10%;

   Ambil 153,8 ml asam nitrat, $HNO_3$ pekat ke dalam labu ukur 1000 ml yang telah berisi 250 ml air suling, lalu tepatkan menjadi 1000 ml. Kocok sampai homogen.

e) asam perklorat p.a, $HClO_4$ pekat;
f) air suling yang bebas bahan analit atau mengandung nikel dengan kadar lebih rendah dari batas deteksi dan daya hantar listrik (DHL) < 2,00 µS/cm;
g) batu didih;
h) kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori 8,0 µm.

### 4.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
b) timbangan analitik dengan ketelitian sampai dengan 0,0001 g;
c) cawan porselin;
d) desikator;
e) oven;
f) gelas ukur 100 ml;
g) pipet volumetri 2,0 ml; 5,0 ml; 10,0 ml; 15,0 ml; dan 20,0 ml;
h) pipet komagome 3 ml dan 5 ml;
i) gelas piala 100 ml;
j) penangas listrik (*hot plate*);
k) corong;
l) kaca arloji;
m) batang pengaduk;
n) *spatula*;
o) erlenmeyer 250 ml;
p) mortar dan alu;
q) botol gelas atau polietilen bertutup;
r) labu ukur 50 ml; 100 ml dan 1000 ml;
s) pipet ukur 10 ml.

© BSN 2004


"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus direndam dengan deterjen bebas fosfat, selanjutnya dibilas dengan air suling dan direndam dalam larutan $HNO_3$ 10%. Kemudian dibilas kembali dengan air suling. Biarkan peralatan gelas sampai kering dan siap untuk digunakan.

## 4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Siapkan contoh uji dengan tahapan sebagai berikut:

a) Sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai dengan metode *Sediment Sampling* USEPA-600 (SOP#: 2016);
b) Buang benda-benda asing seperti potongan plastik, daun atau bahan lain yang bukan contoh uji;
c) Kering udarakan contoh uji pada suhu ruang;
d) Gerus contoh uji dan homogenkan;
e) Simpan dalam botol gelas atau polietilen yang bertutup.

## 4.5 Persiapan pengujian

### 4.5.1 Pembuatan larutan baku nikel, Ni 100 µg/ml

a) Pipet 10 ml larutan induk nikel, Ni 1000 µg/ml ke dalam labu ukur 100 ml.
b) Tambahkan larutan asam nitrat, $HN0_3$ 1,0 N sampai tepat pada tanda tera.

### 4.5.2 Pembuatan larutan baku nikel, Ni 10 µg/ml

a) Pipet 10 ml larutan baku nikel, Ni 100 µg/ml ke dalam labu ukur 100 ml.
b) Tambahkan larutan asam nitrat, $HNO_3$ 1,0 N sampai tepat tanda tera.

### 4.5.3 Pembuatan larutan kerja dengan konsentrasi 0,0 µg/ml; 0,2 µg/ml; 0,4 µg/ml; 0,6 µg/ml; 0,8 µg/ml; dan 1,0 µg/ml

a) Pipet 0,0 ml; 1,0 ml; 2,0 ml; 3,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml larutan baku nikel, Ni 10 µg/ml kedalam 6 (enam) labu ukur 50,0 ml.
b) Tambahkan asam nitrat, $HNO_3$ 1,0 N ke dalam masing-masing labu ukur sampai tanda tera.

CATATAN Konsentrasi tertinggi dari larutan kerja disesuaikan dengan kemampuan SSA, dengan ketentuan linearitas kurva kalibrasi yang dihasilkan ($r^2$) $\geq$ 0,99.

## 4.6 Prosedur

### 4.6.1 Penentuan kadar nikel, Ni secara destruksi asam

a) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml;
b) Timbang contoh uji yang sudah dihomogenkan sebanyak ± 3,00 g, masukkan ke dalam erlenmeyer;
c) Tambahkan 25 ml air suling, aduk dengan menggunakan batang pengaduk;
d) Tambahkan 5 ml sampai dengan 10 ml asam nitrat, $HNO_3$ pekat, aduk hingga bercampur rata;
e) Tambahkan 3 butir sampai dengan 5 butir batu didih, tutup dengan kaca arloji;

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

f) Letakkan erlenmeyer tersebut diatas penangas listrik, atur suhunya pada 105$^0$C sampai dengan 120$^0$C;

g) Panaskan sampai volume contoh uji tinggal ± 10 ml;

h) Angkat dan dinginkan ;

i) Tambahkan 5 ml asam nitrat, $HNO_3$ pekat dan 1 ml sampai dengan 3 ml asam perklorat, $HClO_4$ pekat tetes demi tetes melalui dinding kaca erlenmeyer;

j) Panaskan kembali pada penangas listrik sampai timbul asap putih dan larutan contoh uji menjadi jernih;

k) Setelah timbul asap putih, pemanasan dilanjutkan selama ± 30 menit;

l) Jika larutan contoh uji belum jernih, ulangi langkah pada butir 4.6.1 i) sampai dengan k);

m) Dinginkan contoh uji. Saring dengan kertas saring kuantitatif dengan ukuran pori 8,0 μm. Tempatkan filtrat contoh uji pada labu ukur 100 ml dan tambahkan air suling sampai tanda tera. Filtrat contoh uji siap diukur ke dalam spektrofotometer serapan atom (SSA).

n) Lakukan pengukuran blanko:

   1) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml;

   2) Pipet 25 ml air suling, masukkan ke dalam erlenmeyer tersebut;

   3) Lakukan langkah pada butir 4.6.1 d) sampai dengan m).

o) Pembuatan *spike matrix:*

   1) Siapkan erlenmeyer volume 250 ml

   2) Masukkan ± 3,0 g contoh uji yang telah dihomogenkan ke dalam erlenmeyer, tambahkan 2 ml larutan baku nikel, Ni 10 µg/ml ;

   3) Lakukan langkah pada butir 4.6.1 d) sampai dengan m).

### 4.6.2 Penentuan kadar air

a) Timbang dan catat berat cawan porselin yang akan digunakan;

b) Masukkan contoh uji ke dalam cawan porselin yang telah ditimbang sebanyak ± 5 g;

c) Panaskan contoh uji pada oven dengan suhu 105°C selama 2 jam;

d) Masukkan ke dalam desikator selama 30 menit atau sampai dingin;

e) Timbang dan catat berat cawan;

f) Ulangi langkah pada butir 4.6.2 c) sampai dengan d) minimal 3 (tiga) kali atau sampai mencapai berat konstan.

## 4.7 Pengukuran kadar nikel, Ni

### 4.7.1 Pengukuran kurva kalibrasi

a) Atur spektrofotometer serapan atom (SSA) dan optimalkan untuk pengujian nikel, Ni sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;

b) Aspirasikan larutan kerja 0,0 µg/ml; 0,2 µg/ml; 0,4 µg/ml; 0,6 µg/ml; 0,8 µg/ml; dan 1,0 µg/ml ke dalam spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang optimal di sekitar 232,0 nm.

c) Buatkan kurva kalibrasi dari data diatas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

d) Bila linearitas kurva kalibarasi ($r^2$) < 0,99, ulangi langkah pada butir 4.7.1 b) sampai dengan c).

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

### 4.7.2 Pengukuran kadar nikel, Ni

a) Atur Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan optimalkan untuk pengujian nikel, Ni sesuai dengan petunjuk penggunaan alat;

b) Aspirasikan contoh uji yang didapat dari langkah 4.6.1 ke dalam Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang optimal di sekitar 232,0 nm;

c) Apabila perbedaan hasil pengukuran secara duplo lebih dari 20%, periksa kondisi alat dan ulangi langkah pada butir 4.7.2 b);

d) Apabila perbedaannya kurang dari 20%, rata-ratakan hasilnya.

## 4.8 Perhitungan

### 4.8.1 Kadar nikel, Ni

a) Buat kurva kalibrasi berdasarkan hasil pembacaan absorbansi kadar larutan kerja dari alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);

b) Tentukan kadar nikel, Ni contoh uji dengan cara memplotkan hasil pengukuran nikel, Ni pada kurva kalibrasi;

c) Hitung kadar nikel, Ni dengan perhitungan sebagai berikut :

c.1 untuk perhitungan dalam berat kering contoh uji:

$$Ni = \frac{CxVxfp}{B(1 - Ka/100)}$$

c.2 untuk perhitungan dalam berat basah contoh uji:

$$Ni = \frac{CxV}{B}$$

dengan pengertian:

Ni adalah kadar nikel, Ni dalam sedimen (μg/g);

C adalah kadar nikel, Ni yang diperoleh dari kurva kalibrasi (μg/ml);

V adalah volume akhir (ml);

B adalah berat contoh uji (g);

Ka adalah kadar air (%).

fp adalah faktor pengenceran (bila tidak ada pengenceran maka fp = 1).

### 4.8.2 Kadar air

$$Ka = \frac{Csb - Cst}{Csb} x100\%$$

dengan pengertian:

Ka adalah kadar air (%);

Csb adalah berat contoh uji sebelum dipanaskan (berat kering udara) (g);

Cst adalah berat contoh uji setelah dipanaskan (berat kering) (g).

### 4.8.3 Persen temu balik

$$R = \frac{A - B}{C} x100\ \%$$

dengan pengertian:

R adalah persen temu balik (%)

A adalah kadar contoh uji yang di *spike* (µg/g);

B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike* (µg/g);

C adalah kadar standar yang diperoleh (*target value*) (µg/g) ;

$$C = \frac{y}{v} xc$$

dengan pengertian:

y adalah volume standar yang ditambahkan (ml);

c adalah kadar nikel, Ni yang ditambahkan (µg/ml);

v adalah berat contoh uji (g).

## 5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

### 5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
b) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a).
c) Gunakan spektrofotometer serapan atom yang terkalibrasi (terverifikasi).
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

### 5.2 Pengendalian mutu

a) Linearitas kurva kalibrasi ($r^2$) harus ≥ 0,99 .
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kadar nikel dalam larutan blanko harus lebih rendah dari batas deteksi.
c) Lakukan preparasi triplo untuk kontrol ketelitian analis. Perbedaan hasil analisis triplo adalah ≤ 20%.

## 6 Rekomendasi

**Kontrol Akurasi**

Lakukan salah satu dari beberapa cara di bawah ini:

1) Lakukan analisis c*ertified reference material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
2) Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
3) Lakukan analisis *spike matrix*. Kisaran persen temu balik adalah 80% sampai dengan 120%.
4) Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

# Lampiran A

(informatif)

## Presisi dan akurasi

Validasi metode cara uji nikel, Ni dalam sedimen menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan gas pembakar gas asetilen, $C_2H_2$ – udara,$O_2$ telah dilakukan oleh 5 (lima) orang analis yang berbeda dan waktu berbeda, memberikan simpangan baku (standar deviasi) antara 1 sampai dengan 2.

Uji temu balik dilakukan terhadap contoh uji sedimen yang ditambahkan larutan baku nikel, Ni dengan kadar 10 µg/ml memberikan persen temu balik sebesar 91% sampai dengan 117%.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

## Lampiran B

(normatif)

## Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman kurva kalibrasi.
5) Nomor contoh uji.
6) Tanggal penerimaan contoh uji.
7) Batas deteksi.
8) Perhitungan.
9) Hasil pengukuran triplo.
10) Hasil pengukuran blanko.
11) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau CRM.
12) Kadar nikel dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

## Bibliografi

*Japan Industrial Standard* (JIS) No. K0102, 1992.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2004

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**
**Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4**
**Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270**
**Telp: 021- 574 7043;  Faks: 021- 5747045;  e-mail : bsn@bsn.or.id**

© BSN 2004